

☐ Generate Collection

L43: Entry 1 of 43

File: JPAB

Mar 31, 1998

PUB-NO: JP410081532A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 10081532 A
TITLE: PRODUCTION OF SYNTHETIC SILICA GLASS

PUBN-DATE: March 31, 1998

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

ISHIKAWA, SHINJI

TANAKA, SATOSHI

MATSUI, MASAHIKO

DANZUKA, TOSHIO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

APPL-NO: JP08235224

APPL-DATE: September 5, 1996

INT-CL (IPC): C03 B 37/014; G02 B 6/00

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a synthetic silica glass, capable of suppressing expansion and bubble of a glass body in enlarging a porous body or increasing a bulk density by specific heating and transparent vitrification treatment in the method for producing the synthetic silica glass by heating and transparently vitrifying the porous body.

SOLUTION: In this method for producing a synthetic silica glass by heating and transparently vitrifying a porous body obtained by depositing silica glass fine particles produced by flame hydrolysis method or heat oxidation method, the heating and treatment for transparency are carried out in an inert gas under reduced pressure of <100mg Hg or in a vacuum atmosphere, after the formation of a transparent glass, the transparent glass is continuously heat-treated at a temperature equal to or lower than the highest temperature during the formation of the transparent glass in an inert gas atmosphere under $\geq 100\text{mmHg}$. The synthetic silica glass is produced preferably at 1,450-1,650°C transparent vitrification temperature and the temperature at which the rise in pressure is started is not lower than the transparent vitrification temperature by $\geq 5^\circ\text{C}$.

COPYRIGHT: (C) 1998, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 許出願公開番号

特開平10-81532

(43) 公開日 平成10年(1998) 3月31日

(51) Int. Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/014			C 0 3 B 37/014	Z
G 0 2 B 6/00	3 5 6		G 0 2 B 6/00	3 5 6 A

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平8-235224

(22) 出願日 平成8年(1996) 9月5日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 石川 真二

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 田中 聡

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 松井 雅彦

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

(74) 代理人 弁理士 内田 明 (外2名)

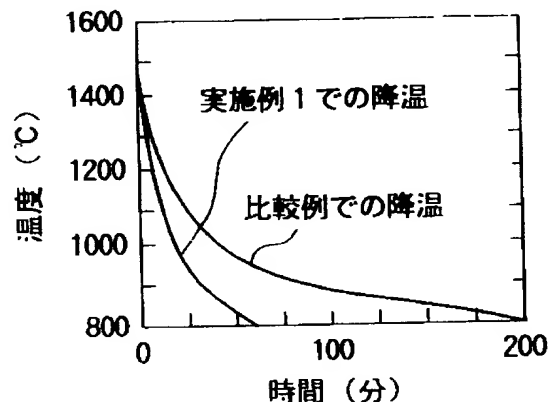
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 合成シリカガラスの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 特に多孔質体が大型化若しくは高嵩密度化する際に起るガラス体の膨張とか気泡を抑制することのできる多孔質体を加熱透明ガラス化する合成シリカガラスの製造方法を提供すること。

【解決手段】 加熱透明化処理を100 mmHg未満の減圧不活性ガスないしは真空雰囲気で行い、透明ガラス化後、連続的に透明ガラス化時の最高温度以下の温度で100 mmHg以上の圧力の不活性ガス雰囲気中で熱処理を行うことを特徴とする、合成シリカガラスの製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 火炎加水分解法や熱酸化法で製造した、シリカガラス微粒子を堆積して得られる多孔質体を加熱透明ガラス化する、合成シリカガラスの製造方法において、加熱透明化処理を100mmHg未満の減圧不活性ガスないしは真空雰囲気で行い、透明ガラス化後、連続的に透明ガラス化時の最高温度以下の温度で100mmHg以上の圧力の不活性ガス雰囲気中で熱処理を行うことを特徴とする、合成シリカガラスの製造方法。

【請求項2】 透明ガラス化温度が1450℃以上1650℃以下であり、圧力の上昇を開始するときの温度が透明ガラス化温度よりも50℃以上低くないようにすることを特徴とする請求項1に記載の合成シリカガラスの製造方法。

【請求項3】 不活性ガス雰囲気での熱処理中に同時に降温処理を行うことを特徴とする請求項1又は2に記載の合成シリカガラスの製造方法。

【請求項4】 不活性ガスが、N₂ ないしはArであることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の合成シリカガラスの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ガラス微粒子体が集合してなる多孔質体を加熱して透明ガラス化処理する方法、特にガラス微粒子体が大型化や高嵩密度化する際に、該ガラス微粒子体の膨張や気泡を抑制するための透明化後の後処理方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ガラス微粒子が集合してなる多孔質体（以下多孔質体という）を加熱することにより透明ガラスを得る方法において、上記多孔質体に圧力容器内に設けた炉心管の中に保持し、該圧力容器内全体を真空に保ちながら加熱して高純度透明ガラスを製造することは知られている（特開昭63-201025号公報）。また炉心管を有する真空炉中で、減圧又は真空下でプログラムされた温度上昇パターンにより光ファイバ用多孔質母材を加熱透明化する方法において、上記温度上昇パターンを時間的に前後二つの区間に分割して加熱処理することが提案されている（特開平5-163038号公報）。しかし、このような従来法では、真空中で大型の多孔質体や高嵩密度の高い多孔質体を処理する場合、多孔質体からH₂O等の残留ガスが十分に脱離できず、気泡として残留しガスの脱離が、さらに少なくなると、透明ガラス体内で、気泡が膨張してしまうという問題が生じた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】多孔質体を加熱処理して透明ガラス化する際に、特に真空中で大型の多孔質体や高嵩密度の高い多孔質体を処理する場合、多孔質体からH₂O等の残留ガスが十分に脱離しきれず気泡として残

留するという問題があった。更に、はなはだしい場合は水分脱離よりも先に透明化が進み、残留水分が膨張しガラス体を膨らましてしまう場合もあった。このとき、ガラス体が炉心管よりも膨張してしまうと、炉心管や炉体、昇降装置の破壊をもたらす可能性がある。このようなケースは多孔質体の大型化や高嵩密度の増大によって、多孔質体内に残留するガスの脱離に時間がかかるようになったことに起因している。ガスの脱離に十分な時間をかける手法も考えられるが、これには時間がかかり、ガラス体の生産性の点で問題が生じる。また、真空中で温度を下げる場合、断熱効果が高いため降温時間が長くかかるという問題があった。本発明は、上記従来法の問題点、特に多孔質体が大型化若しくは高嵩密度化する際に起きるガラス体の膨張とか気泡を抑制することのできる多孔質体を加熱透明ガラス化する合成シリカガラスの製造方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】上記の目的は、以下の各方法によって達成することができる。

(1) 火炎加水分解法や熱酸化法で製造した、シリカガラス微粒子を堆積して得られる多孔質体を加熱透明ガラス化する、合成シリカガラスの製造方法において、加熱透明化処理を100mmHg未満の減圧不活性ガスないしは真空雰囲気で行い、透明ガラス化後、連続的に透明ガラス化時の最高温度以下の温度で100mmHg以上の圧力の不活性ガス雰囲気中で熱処理を行うことを特徴とする、合成シリカガラスの製造方法。

(2) 透明ガラス化温度が1450℃以上1650℃以下であり、圧力の上昇を開始するときの温度が透明ガラス化温度よりも50℃以上低くないようにすることを特徴とする上記(1)に記載の合成シリカガラスの製造方法。

(3) 不活性ガス雰囲気での熱処理中に同時に降温処理を行うことを特徴とする上記(1)又は(2)に記載の合成シリカガラスの製造方法。

(4) 不活性ガスが、N₂ 又はArであることを特徴とする上記(1)～(3)のいずれかに記載の合成シリカガラスの製造方法。

【0006】

【発明の実施の形態】上記方法(1)においては、加熱透明化処理を100mmHg未満、好ましくは0.1～10mmHgの減圧不活性ガスないしは真空雰囲気で行うが、この処理を100mmHg以上で行うと、多孔質体中の残留ガスの除去が充分に行われないうちに、雰囲気ガスが気泡として残留してしまうという、問題が発生するからである。次に、透明ガラス化後、連続的に透明ガラス化時の最高温度以下、例えば1450～1550℃の温度で100mmHg以上の圧力、好ましくは200～760mmHgの圧力の不活性ガス雰囲気中で熱処理を行う。不活性ガスとしては、He, Ar, Ne,

N₂ 等が用いられるが、残留ガスの低減のためにはHe又はN₂ が最も好ましい。透明ガラス化後に、周囲の圧力を上昇させることで、ガラス体の膨張や気泡を抑制又は収縮ないしは縮径することができる。

【0007】上記方法(2)では、上記(1)の方法における第一工程である加熱透明化処理を1450~1650℃、好ましくは1500~1550℃の温度で行うことを一つの特徴とする。これは1450℃未満では、透明化するには温度が不充分であり、多孔質体が透明化しないという問題があり、また1650℃を越えるとガラスの粘性が低くなり、ガラスの変形(引き伸びなど)が生じるからである。また第二工程の熱処理は、圧力を上昇する際の温度が透明ガラス化温度より50℃以上、好ましくは10~40℃低くするようにする。50℃以上低くなるとガラスの粘性が大きくなり、圧をかけてもガラスの変形がおきないため、膨張したガラスを収縮させることができないという問題が起こるので好ましくない。

【0008】上記方法(3)では、上記(1)の方法における不活性ガス雰囲気での熱処理の際に圧を上昇しながら降温する。圧が高いとガスの伝熱効果が増加するので降温時間が短くなり、プロセス時間の短縮が可能となる。降温速度は通常10~15℃/分の範囲となる。上記方法(4)では、上記方法(1)~(3)のいずれかの方法で用いられる不活性ガスをAr又はN₂ としている。Ar、N₂ であると、価格が安いことと分子量が大きいこと、ガラス内に拡散しにくいので効率的にガラスを収縮させることができる。なお、気体の伝熱係数はHeが大きい。

【0009】添付の図1は、本発明の方法を実施するのに適した装置の一具体化例を示す断面図で、炉心管12の下部にあるガス導入管22よりHeガスを供給し、排気は炉心管上部に設けられた排気管23により行い、多孔質体11を透明化するよう構成されている。例えば、図2に示される温度上昇パターンに従い、炉温をヒータ20により800~1300℃まで昇温速度5℃/分で上昇させ同時にHeを10リットル/分の割合で、導入管22より供給する。その後Heガスの供給を停止し、1300℃で100分間保持し、再びHeガスを10リットル/分の割合で供給し、昇温速度2.5℃/分で1550℃まで昇温し多孔質体11の透明ガラス化を行う。この間、Heガスは100mmHg未満、好ましくは0.1~10mmHgの減圧に保持されて上方から下方に流れる。100mmHgを越えると雰囲気ガスの焼結体へのとじ込みによる気泡の発生という問題が生じる。なお上記装置で13は、被処理多孔質体を多孔質体挿入用扉14を開けて挿入、保持しておく予備室であり、支持棒15で保持された多孔質体11はゲートバルブ19を開けて炉心管12に挿入されるようになっている。16は真空容器、17、18は真空ポンプ、21は

ガスリーク管、24は断熱材、25は炉心管上蓋である。

【0010】

【実施例】以下本発明を実施例及び比較例により更に詳細に説明するがこれに限定するものではない。

(比較例) 図3に示す屈折率分布を持つ、8mm径のGeO₂/SiO₂ ガラスのコアを中心部に持つ外径35mmのシリカガラスファイバプリフォームを出発材とし、その外周に火炎加水分解法で外径250mmまで多孔質SiO₂ ガラス多孔質体を堆積したものをを用いた。図1に示す本発明に係る構造の炉をガラス多孔質体の透明化処理に用いた。多孔質体の処理条件は、温度パターンを図2に示すようにし、800℃~1300℃まで昇温速度5℃/分でHeを10リットル/分の割合で供給し、その後ガスの供給を停止し、1300℃で100分温度を保った後、再度Heを10リットル/分の割合で供給し、昇温速度2.5℃/分で1550℃まで昇温し透明ガラス化を行った。その後、ヒーターへの電力の供給を停止し、降温を開始した。1550℃から800℃までの降温時間は200分を費やした(図4参照)。また、光ファイバ用ガラス母材は脱ガスが十分ではなかったため有効部の一部分が膨張し亀裂が発生していた。同様の処理を20本の多孔質体で行ったが、5本中1本に透明ガラス体の一部に大型の気泡が発生した。

【0011】(実施例1) 処理する多孔質体は比較例と同様、図3に示す、屈折率分布の8mm径のGeO₂/SiO₂ ガラスのコアを中心部に持つ外径35mmのシリカガラスファイバプリフォームを出発材とし、その外周に火炎加水分解法で外径250mmまで多孔質SiO₂ ガラス多孔質体を堆積したものをを用いた。図1に示す本発明に係る構造の炉をガラス多孔質体の透明化処理に用いた。多孔質体の処理条件は比較例と同一の条件とした。加熱透明化処理の後、炉温を1550℃のまま、N₂ を100リットル/分の割合で供給し、同時に真空排気系の弁を閉鎖し、排気を停止した。炉内の圧力が150mmHgになったところで、ヒーターへの電力の供給を停止し、降温を開始した。炉内圧は25分後に1気圧になり、その後はN₂ の供給量を10リットル/分に下げ、真空ポンプにつながっていない排気口より自然にガスが流出するにまかせた。1550℃から800℃までの降温時間は50分を費やしたが、これは比較例に比べ150分の処理時間短縮にあたる(図4参照)。得られた光ファイバ用ガラス母材は、比較例で見られる脱ガス不十分に起因する膨張した気泡は見られず、加熱処理後に圧を増加させたことにより、気泡の縮径が成されたことが明らかである。

【0012】(実施例2) 図1に示す本発明に係る構造の炉をガラス多孔質体の透明化処理に用いた。本例では炉心管の内部にガスを供給せず、排気のみ行うようにした。多孔質体の処理条件は温度条件のみ比較例と同じも

のとした。その後、炉温を1550℃のまま、N₂を100リットル/分の割合で供給し、同時に真空排気系の弁を閉鎖し、排気を停止した。炉内の圧力が150mmHgになったところで、ヒーターへの電力の供給を停止し、降温を開始した。炉内圧は25分後に1気圧になり、その後はN₂の供給量を10リットル/分に下げ、真空ポンプにつながっていない排気口より自然にガスが流出するにまかせた。1550℃から500℃までの降温時間は120分を費やした(図5参照)。その後、炉内より光ファイバ用ガラス母材を取り出した。得られた光ファイバ用ガラス母材は、実施例1と同様、比較例で見られる脱気不十分に起因する膨張した気泡は見られなかった。

【0013】

【発明の効果】本発明の方法によりガラス微粒体が集合してなる多孔質体を加熱して透明ガラス化処理すると、大型の多孔質体や高嵩密度化した多孔質体でも膨張を抑制し、気泡を脱離しながら、しかも高い生産性を維持して透明ガラス化を効率的に行うことができる。

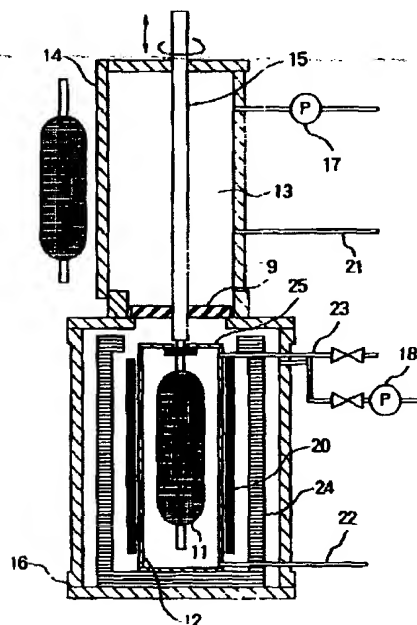
【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の方法を実施するのに適した装置の一具体化例を示す断面図。

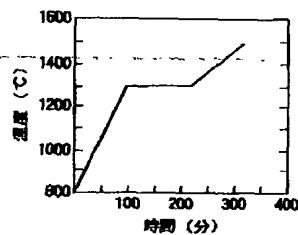
【図2】多孔質母材の透明化処理を行うための温度条件

- 11：スート母材
12：炉心管
13：予備室
14：スート挿入用扉
15：支持棒
16：真空容器
17, 18：真空ポンプ
19：ゲートバルブ
20：ヒーター
21：ガスリーク管
22：ガス導入管
23：排気管
24：断熱材
25：炉心管上蓋

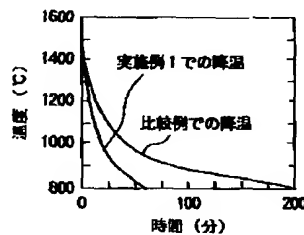
【図1】



【図2】



【図4】



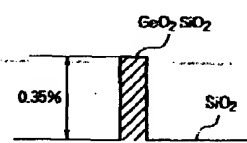
(温度-時間の関係)に係る温度上昇パターンを示すグラフ。

【図3】実施例で作製された光ファイバ母材の屈折率分布を示す図。

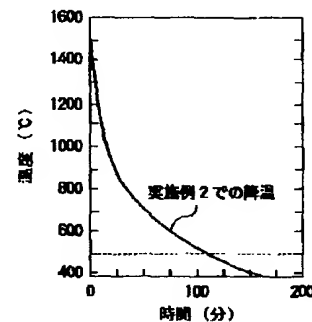
【図4】比較例及び実施例1における降温温度パターンを示すグラフ。

【図5】実施例2における降温温度パターンを示すグラフ。

【符号の説明】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 弾塚 俊雄
神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内